

9/936317

日 本 国 特 許

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JP01/75

| | |
|-------------------|-----|
| 23.03.01 | |
| REC'D 06 APR 2001 | |
| WIPO | PCT |

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 3月30日

Eku

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-094307

出 願 人
Applicant(s):

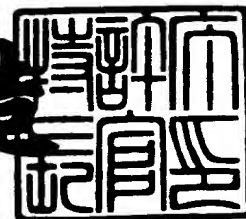
株式会社資生堂

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 2月 2日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3004002

【書類名】 特許願

【整理番号】 S01-00007

【提出日】 平成12年 3月30日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/00
A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 宮沢 和之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 金田 勇

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 梁木 利男

【特許出願人】

【識別番号】 000001959

【氏名又は名称】 株式会社資生堂

【代表者】 弦間 明

【代理人】

【識別番号】 100098800

【弁理士】

【氏名又は名称】 長谷川 洋子

【電話番号】 03-3669-0511

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000- 2610

【出願日】 平成12年 1月11日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 056410

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 増粘剤の製造方法および化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、放置冷却してゲルを形成し、次いで該ゲルを粉砕して平均粒径 0.1～1000 μm のマイクロゲルとすることにより増粘剤を得る、増粘剤の製造方法。

【請求項 2】 ゲル化能を有する親水性化合物が、寒天、カラギーナン、カードラン、ゼラチン、ジェランガム、アルギン酸の中から選ばれる 1 種または 2 種以上である、請求項 1 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 3】 ゲル化能を有する親水性化合物と、ゲル化能をもたない増粘性化合物とを、水または水性成分に溶解した後、放置冷却してゲルを形成し、次いで該ゲルを粉砕して平均粒径 0.1～1000 μm のマイクロゲルとする、請求項 1 または 2 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 4】 ゲル化能をもたない増粘性化合物が、キサンタンガム、サクシノグリカン、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマーの中から選ばれる 1 種または 2 種以上である、請求項 3 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の製造方法により得られる増粘剤。

【請求項 6】 粘度が 2,000～1,000,000 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ (B 型粘度計、25℃) である、請求項 5 記載の増粘剤。

【請求項 7】 請求項 5 記載の増粘剤を含有する化粧料。

【請求項 8】 薬剤成分および塩類の中から選ばれる 1 種または 2 種以上をさらに含有する、請求項 7 記載の化粧料。

【請求項 9】 薬剤成分および塩類の中から選ばれる 1 種または 2 種以上を化粧料全量中に 0.01～20 重量%含有する、請求項 8 記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はおもに化粧品、医薬品等の分野に用いられる増粘剤に関する。さらに詳しくは、べたつき感がなく、優れた使用性を有するとともに、水溶性薬剤成分や塩類などを多配合した場合でも系の粘度低下を引き起こすことなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新規な増粘剤の製造方法、該方法により得られる増粘剤、および該増粘剤を含有する化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、化粧料の増粘方法として、キサンタンガム等の多糖類、ポリアクリル酸等の親水性合成高分子、ベントナイト等の粘土鉱物などを増粘剤として用いる方法が知られている。

【0003】

しかしながら、キサンタンガム等の多糖類を増粘剤として用いた場合、薬剤成分や塩類を同時配合した系での安定性は優れるものの、べたつき感がするなど使用性の面において不具合があった。また、ポリアクリル酸等の親水性合成高分子を用いた場合、べたつき感がなく、さっぱり感が得られ、使用性が良好であるものの、耐塩性、耐イオン性が低いため、薬剤成分や塩類を多配合した場合、系の粘度低下等を引き起こすという不具合があった。さらに、ベントナイト等の粘土鉱物を増粘剤として用いた場合、きしみ感が感じられるなど使用性の点で問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、べたつき感、きしみ感がなく、優れた使用性を有し、しかも、薬剤成分や塩類を高配合した場合であっても粘度低下をきたすことがなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新しいタイプの増粘剤を得ることを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、従来よりゲル化剤として用いられている寒天などのゲル化能を有する化合物を、固化してゲル

化させた後、これを粉砕してマイクロゲルとしたものを増粘剤として用いることにより、べたつき感がなく、しかも従来の増粘剤の使用の際に問題となっていた、水溶性薬剤成分や各種塩類等の成分を高配合しても系の粘性低下の問題を生じないことを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】

すなわち本発明は、ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、放置冷却してゲルを形成し、次いで該ゲルを粉砕して平均粒径0.1～1000 μ mのマイクロゲルとすることにより増粘剤を得る増粘剤の製造方法に関する。

【0007】

また本発明は、上記製造方法により得られる増粘剤に関する。

【0008】

また本発明は、上記増粘剤を含有する化粧料に関する。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳述する。

【0010】

本発明の増粘剤の製造方法に用いられるゲル化能を有する親水性化合物としては、ゲル化能を有する水溶性化合物であって、化粧料、医薬品分野で用いられ得るものであれば特に限定されるものでない。具体的には、ゼラチン、コラーゲン等のゲル化能を有する親水性タンパク質や、寒天、カドラン、スクレログルカン、シソフィラン、ジェランガム、アルギン酸、カラギーナン、マンナン、ペクチン、ヒアルロン酸等の親水性多糖類等が例示される。中でも、ゼラチン、寒天、カドラン、ジェランガム、アルギン酸、カラギーナンは、塩やイオンの影響を受け難く、安定なゲルを調製可能であることから特に好ましく用いられる。ゲル化能を有する親水性化合物は1種または2種以上を用いることができる。

【0011】

続いて、これらゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、放置冷却して固化させ、ゲルを形成する。上記化合物の水または水性成分

への溶解は、混合、加熱等によって行うことができる。

【0012】

ゲル化（固化）は、溶解後、加熱を止めてゲル化温度（固化温度）より低温となるまで放置（静置）することにより行う。

【0013】

水性成分としては、化粧品、医薬品分野において用いられ得る水性成分であれば特に限定されるものでなく、例えば1, 3-ブチレングリコール、プロピレングリコール等のグリコール類や、エタノール、プロパノール等の低級アルコールのほか、一般に化粧料の水相成分として配合される成分を含有することができる。具体的には、メタリン酸塩、エデト酸塩等のキレート剤や、pH調整剤、防腐剤等が例示されるが、これら例示に限定されるものでない。

【0014】

上記ゲルのゲル強度は、ゲル自体がその形状を維持でき、また次工程のマイクロゲルを得ることができる程度のものであれば特に限定されるものでない。本発明では、ゲル強度がかなり高いものでも使用することができ、例えばゼリー強度が $1,000\text{ g/cm}^2$ （日寒水式測定）若しくはそれ以下程度の高ゼリー強度のものでも用いることができる一方、ゼリー強度 30 g/cm^2 程度のかかなり弱いゲル強度でもマイクロゲルを得ることができる。使用性向上の点からはゼリー強度 100 g/cm^2 前後のものが好ましい。

【0015】

なお、上記ゲル化能を有する親水性化合物とともに、さらに使用感を変えるため等の目的から、ゲル化能をもたない増粘性化合物を併用してもよい。ゲル化能をもたない増粘性化合物としては、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマー、カルボキシメチルセルロース、カチオン化セルロース、プルロニックをはじめとする親水性合成高分子や、キサンタンガム、サクシノグリカン、グアーガム、ローカストビーンガムをはじめとする親水性天然高分子のほか、ラボナイト、ベントナイト、スメクタイト等の親水性粘土鉱物等の親水性増粘性化合物が例示される。また、これらゲル化能をもたない親水性の増粘性化合物を併用するこ

とにより、得られるゲルのゲル強度を自在に調整することができる。ゲル化能をもたない増粘性化合物の配合割合を増加させることによりゲル強度は低下する。ゲル化能をもたない増粘性化合物として、キサンタンガム、サクシノグリカン、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマーが特に好ましい。またこれら化合物の塩も好ましく用いられる。ゲル化能をもたない増粘性化合物は1種または2種以上を用いることができる。

【0016】

ゲル化能をもたない親水性の増粘性化合物の配合割合は、目的とする増粘剤の用途等により異なるが、ゲル化能を有する親水性化合物に対して1～100重量％程度の割合で配合することができる。

【0017】

次いで、上記形成されたゲルをホモジナイザー、ディスパー、メカニカルスターラー等により破碎し、望みのマイクロゲルを得る。マイクロゲルの平均粒径は0.1～1000 μ m程度が好ましく、より好ましくは1～200 μ m程度、特には10～500 μ m程度であるが、破碎の度合いは目的に応じて調節可能であり、より滑らかな使用性が必要とされる場合には高速攪拌により十分に破碎し、細かな粒径のマイクロゲルとし、一方、マイクロゲル自体の触感を必要とする場合には軽い攪拌により破碎の度合いを弱めてやや大き目の粒径のマイクロゲルとする。

【0018】

このようにして得られるマイクロゲルの粘度は、用途に応じて必要とされる粘度が異なり、一概にいえないが、例えば寒天を用いた場合、寒天濃度0.5～2％程度で、B型粘度計（回転数0.6rpm、25℃）による測定で2,000～1,000,000mPa・s程度のものが好ましい。

【0019】

本発明により得られるマイクロゲルを増粘剤として化粧品等に用いることにより、使用感の向上（べたつき感のなさ）を図ることができるとともに、薬剤成分や塩類などを高配合、例えば化粧品全量中に20重量％程度含有させた場合でも、系の粘度の低下を生じることがなく、化粧料の系の粘性を維持することが可能と

なった。また長期にわたって安定で離水等を生じることがない。なお、薬剤成分や塩類等の配合量は、これら成分の配合による所期効果を得るためには化粧料全量中に0.1重量%程度以上とするのが好ましい。

【0020】

上記薬剤成分や塩類は、水溶性、油溶性のいずれも用いることができる。

【0021】

薬剤成分としては、ビタミン類、抗炎症剤、抗菌剤等が例示される。薬剤成分の具体例としては、ビタミンB、P、水溶性ビタミンA、D等のビタミン類およびその誘導体、パントテニールエチルエーテル、カルシウムパントテネート、グリチルリチン、グリチルリチン酸塩、グリチルレチン、グリチルレチン酸塩、ローヤルゼリー、ポリフェノール、ニコチン酸およびその誘導体（例えばニコチン酸アミド）、レゾルシン、イオウ、サリチル酸およびその誘導体、尿素、キシリトール、トレハロース、カフェイン等が挙げられる。

【0022】

また塩類としては、有機酸塩、アミノ酸塩、無機塩などが挙げられる。有機酸塩としては、クエン酸、乳酸、シュウ酸、スルホン酸等の塩酸塩、金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩）、アミン塩などが例示される。アミノ酸塩としては、グリシン、アラニン、プロリン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸等の塩酸塩、金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩）、アミン塩などが例示される。無機塩としては、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム等の炭酸塩、リン酸塩、硝酸塩、ホウ酸塩、硫酸塩、亜硫酸塩、ハロゲン化合物（塩化ナトリウム、塩化カリウム等）等が挙げられる。

【0023】

本発明増粘剤、あるいは該増粘剤を配合した化粧料は耐塩性が高く、これら塩類を配合したり、あるいは上記薬剤成分を塩の形で用いたものを配合した場合であっても、同時配合する他成分によって系の安定性が左右されることがなく、また、使用性に優れる。

【0024】

なお、従来、寒天、カラギーナン、カードラン、ゼラチン等のゲル化能を有す

る化合物を増粘剤として用いることもあったが、その場合、これら化合物を加熱、溶解し、攪拌しながら徐冷することにより、固化（ゲル化）させることなく粘稠な状態を得ていた（例えば、特開平 1 1 - 2 0 9 2 6 2 号公報、等）。しかしながら、上記従来法に示すようにゲル化能を有する化合物を攪拌しながら徐冷して増粘剤とする場合、系の増粘の程度に限界がある。特に薬剤成分や塩類等を配合した場合、系の粘度低下が生じる。

【 0 0 2 5 】

これに対し本発明では、これら化合物をいったん完全にゲル化（固化）した後、これを粉砕してマイクロゲルとしたものを増粘剤として用いる。このようにして得られる本発明増粘剤は、従来化粧料に用いられてきた増粘多糖類あるいは合成高分子増粘剤と異なり、分子レベルの絡み合いにより増粘効果を発揮するものではなく、ゲルを粉砕したマイクロゲル同士の摩擦によるものである。したがって、高分子溶液に特徴的な曳糸性は全くみられず、非常にさっぱりとした使用感を実現することができる。また、高分子溶液は配合する薬剤、塩等による影響を受けて粘度低下を起こし、配合が制限される場合があるが、本発明の場合そのような心配がなく、化粧料等の処方幅を広げることができる。

【 0 0 2 6 】

なお、本発明において薬剤成分や塩類等として水溶性のものをを用いる場合、上記ゲル化能を有する親水性成分とともに水あるいは水性成分中に溶解させた後、これを放置冷却し固化させてゲルを形成し、次いで該ゲルを粉砕してマイクロゲルとして用いてもよく、あるいは、上記ゲル化能を有する親水性成分を水あるいは水性成分中に溶解させた後、放置冷却、固化させて形成したゲルを粉砕してマイクロゲルとしたものと薬剤成分や塩類等とを混合して用いてもよい。

【 0 0 2 7 】

一方、薬剤成分や塩類等として油溶性のものをを用いる場合、上記ゲル化能を有する親水性成分を水あるいは水性成分中に溶解させた後、これを放置冷却し固化させてゲルを形成し、次いで該ゲルを粉砕してマイクロゲルとする一方、これとは別に、油溶性薬剤成分や塩類等を他の油性成分とともに水系中で予備乳化しておき、この予備乳化物と上記マイクロゲルとを混合、乳化して用いるのが好ましい。

【 0 0 2 8 】

本発明により得られる増粘剤を化粧料に配合して用いる場合、通常、化粧料に配合し得る添加成分、例えば、保湿剤、防腐剤、粉体、色素、香料、pH調整剤等を、本発明の目的、効果を損なわない範囲内で適宜配合することができる。

【 0 0 2 9 】

本発明製造方法により調製したマイクロゲルは、そのまま水性化粧料に用いてもよく、あるいは通常の高分子系増粘剤と同様に乳液、クリームのようなエマルションにも配合可能である。また、ヘアセット剤、ヘアクリーム、ボディー用品にも利用できる。

【 0 0 3 0 】

【実施例】

以下に本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものでない。

【 0 0 3 1 】

(実施例 1 ～ 1 4、比較例 1 ～ 7)

下記表 1、2 に示す組成の増粘剤を調製した。

【 0 0 3 2 】

実施例 1 ～ 1 4 ではゲル化能を有する親水性化合物、ゲル化能をもたない増粘性化合物を水系中で混合、90℃に加熱、溶解した後、除冷し、ゲルを形成した。このゲルをホモジナイザーを用いて粉砕し、マイクロゲル(平均粒径 100 μ m)を製造した。このマイクロゲルに残りの他成分を混合、攪拌して増粘剤を得た。

【 0 0 3 3 】

一方、比較例 1 ～ 7 では、各成分を混合した後、常温でそのまま 12 時間放置して増粘剤を得た。

【 0 0 3 4 】

実施例 1 ～ 1 4、比較例 1 ～ 7 で得られた試料を用いて、増粘効果、使用性(べたつき感のなさ)、長期安定性について下記評価基準により評価した。結果を表 1、2 に示す。なお、表 1、2 中、「ポリアクリル酸ナトリウム」は、「ハイビスワコー 105」(和光純薬社製)を水酸化ナトリウム水溶液により中和し P

H7としたものを用いた。

【0035】

〔増粘効果〕

得られた試料を、B型粘度計を用いて粘度（25℃）を測定し、増粘効果を評価した。

【0036】

（評価）

- ◎： 増粘効果に非常に優れる（粘度50,000 mPa・s以上）
- ： 増粘効果に優れる（粘度5,000～50,000 mPa・s未満）
- △： 増粘効果があまりみられない（粘度500～5,000 mPa・s未満）
- ×： 増粘効果がみられない（粘度500 mPa・s未満）

【0037】

〔さっぱり感（べたつき感のなさ）〕

女性パネル（20名）に、各試料を実際に使用してもらい、その使用感を下記基準により評価した。

【0038】

（評価）

- ◎： 18名以上が、べたつき感がないと回答
- ： 15～17名が、べたつき感がないと回答
- △： 6～14名が、べたつき感がないと回答
- ×： 5名以下が、べたつき感がないと回答

【0039】

〔長期安定性（離水のなさ）〕

40℃にて1ヵ月間保存後の離水の程度を目視により観察し、下記評価基準により評価した。

【0040】

（評価）

- ◎： 離水がまったくみられなかった
- ： 離水がほとんどみられなかった

△： わずかに水のしみ出しがみられた

×： 水のしみ出しがみられた

【0041】

【表1】

| | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 | 実施例 |
|---|--------------|--------------|--------------|--------------|------------|-------------|------------|------------|------------|--------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 寒天 | 1 | 2 | - | - | - | - | - | 2 | 2 | 2 |
| カラギーナン | - | - | 1.5 | - | - | - | - | - | - | - |
| カードラン | - | - | - | 3 | - | - | - | - | - | - |
| ゼラチン | - | - | - | - | 3 | - | - | - | - | - |
| ジェランガム | - | - | - | - | - | 1 | - | - | - | - |
| アルギン酸 | - | - | - | - | - | - | 2 | - | - | - |
| キサンタンガム | 0.1 | - | 0.1 | - | 0.1 | 0.2 | 0.3 | - | - | - |
| サクシノグリカン | - | 0.2 | - | 0.1 | - | - | - | - | - | - |
| ポリアクリル酸ナトリウム | - | - | - | - | - | - | - | 0.1 | - | - |
| ポリエチレングリコール (分子量2万) | - | - | - | - | - | - | - | - | 1 | - |
| ポリアクリルアミド (分子量100万) | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 0.3 |
| ポリアクリルアクリルアミド/ポリアク リルアミドコポリマー (分子量50万) | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| NaCl | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | - | - | 5 | 5 | 2 |
| CaCl ₂ | - | - | - | - | - | 0.5 | 0.5 | - | - | - |
| グリシン | - | - | - | - | - | 2 | 2 | - | - | - |
| グリセリン | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 精製水 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 |
| 調製法 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 | ゲル化後 磁砕 |
| 増粘効果 (粘度/mPa・s) | ◎ (11.5万) | ◎ (39.5万) | ◎ (13.5万) | ◎ (20.5万) | ◎ (6万) | ◎ (7.5万) | ◎ (12万) | ◎ (40万) | ◎ (35万) | ◎ (38.5万) |
| 使用感 (さっぱり感) | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ |
| 長期安定性 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ |

【0042】

【表2】

| | 実施例 11 | 実施例 12 | 実施例 13 | 実施例 14 | 比較例 1 | 比較例 2 | 比較例 3 | 比較例 4 | 比較例 5 | 比較例 6 | 比較例 7 |
|---|------------|------------|------------|------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-----------|
| 素天 | 2 | 2 | 2 | 2 | - | - | - | - | - | - | - |
| カラギーナン | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| カードラン | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| ゼラチン | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| ジェランガム | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| アルギン酸 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| キサンタンガム | - | 0.1 | 0.1 | 0.1 | - | - | 0.5 | 1 | - | - | - |
| サクシノグリカン | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| ポリアクリル酸ナトリウム | - | 0.1 | - | - | 0.25 | 0.5 | - | - | - | - | - |
| ポリエチレングリコール (分子量2万) | - | - | - | - | - | - | - | - | 1 | - | - |
| ポリアクリルアミド (分子量100万) | - | - | 0.1 | - | - | - | - | - | - | 0.3 | - |
| ポリアルキルアクリルアミド/ポリアク リルアミドコポリマー (分子量50万) | 0.3 | - | - | 0.1 | - | - | - | - | - | - | 0.3 |
| NaCl | 5 | 5 | 5 | 5 | 2 | 2 | 2 | 2 | - | - | - |
| CaCl ₂ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| グリシン | - | - | - | - | - | - | - | - | 2 | 2 | 2 |
| グリセリン | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | - | - | - |
| 精製水 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 | 残余 |
| 調製法 | ゲル化後 破砕 | ゲル化後 破砕 | ゲル化後 破砕 | ゲル化後 破砕 | 混合のみ | 混合のみ | 混合のみ | 混合のみ | 混合のみ | 混合のみ | 混合のみ |
| 増粘効果 (粘度/mPa・s) | ◎ (38.5万) | ◎ (38万) | ◎ (37.5万) | ◎ (36.5万) | × (250) | × (350) | ○ (1.5万) | ○ (2.5万) | × (125) | ○ (1.5万) | ◎ (10.5万) |
| 使用感 (さっぱり感) | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | - | - | △ | × | - | △ | △ |
| 長期安定性 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | - | - | ○ | ○ | - | ○ | ○ |

【 0 0 4 3 】

表 1 ～ 2 の結果から明らかなように、本発明による増粘剤は、高濃度の塩存在下においても安定した増粘効果を示すとともに、使用感、長期安定性においても優れたものであった。

【 0 0 4 4 】

(実施例 1 5 ～ 1 6、比較例 8 ～ 9)

下記表 3 に示す組成の試料を調製した。

【 0 0 4 5 】

実施例 1 5、1 6 では各成分を混合、9 0 ℃ に加熱、溶解した後、除冷し、ゲルを形成した。このゲルをホモジナイザーを用いて粉碎し、ミクロゲル（平均粒径 1 0 0 μ m）を製造した。

【 0 0 4 6 】

一方、比較例 8、9 では、各成分を 9 0 ℃ にて混合した後、加熱を止め、常温で放置した。

【 0 0 4 7 】

これら実施例 1 5、1 6、比較例 8、9 で得られた試料の性状を調べたところ、表 3 に示すように、実施例 1 5、1 6 で得られた試料は粘稠性を示し、一方、比較例 8、9 で得られた試料は増粘性のないゲル（固形）であった。

【 0 0 4 8 】

【表 3】

| | 実施例 1 5 | 実施例 1 6 | 比較例 8 | 比較例 9 |
|--------|---------|---------|----------|----------|
| カラギーナン | 1 | 2 | 1 | 2 |
| グリセリン | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 精製水 | 残 余 | 残 余 | 残 余 | 残 余 |
| 尿素 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 調製法 | ゲル化後破碎 | ゲル化後破碎 | 加熱混合 | 加熱混合 |
| 粘性 | 増粘 | 増粘 | 粘性なし（固形） | 粘性なし（固形） |

【 0 0 4 9 】

(実施例 17、比較例 10) O/Wクリーム

[増粘剤A]

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|------------|-------|
| (1) 寒天 | 1 |
| (2) ケルトロール | 0.1 |
| (3) イオン交換水 | 98.9 |

(製法)

上記(1)～(3)を混合し、90℃に加熱、溶解した後、徐冷し、ゲルを形成した。このゲルをホモジナイザーを用いて粉碎し、平均粒径100 μ mのマイクロゲル(増粘剤A)を得た。

【0050】

[乳化部A]

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|---------------------------------|-------|
| (1) ポリアクリル酸-ポリアクリル酸アルキルコポリマー | 0.1 |
| (2) ポリジメチルシロキサン(6mPa \cdot s) | 8 |
| (3) 水酸化カリウム | 0.1 |
| (4) イオン交換水 | 91.8 |

(製法)

(3)を(4)に添加し、ここに(1)、(2)を加えて混合、攪拌し、乳化部Aを得た。

【0051】

実施例17として、上記増粘剤Aを48重量%、食塩を2重量%、乳化部Aを48重量%混合、攪拌して乳化し、O/Wクリームを調製した。

【0052】

一方、比較例10として、食塩を2重量%、乳化部Aを98重量%を用いた以外は、上記と同様にしてO/Wクリームを調製した。

【0053】

これら実施例17、比較例10で得たO/Wクリームにつき、B型粘度計を用いて粘度(25℃)を測定したところ、実施例17では400,000mPa \cdot s

s、比較例10では18,000mPa・sであった。

【0054】

この結果から明らかなように、乳化物だけでは増粘しない系（耐塩性の弱い系）では、マイクロゲルを添加することにより増粘可能となることがわかる。

【0055】

（実施例18） マッサージクリーム（O/W）

| （配 合 成 分） | （重量％） |
|----------------------------|-------|
| （1）固形パラフィン | 5 |
| （2）蜜蝋 | 10 |
| （3）ワセリン | 15 |
| （4）流動パラフィン | 31 |
| （5）グリセリン | 4 |
| （6）モノステアリン酸グリセリン | 2 |
| （7）POE（20）ソルビタンモノラウリン酸エステル | 2 |
| （8）ホウ砂 | 1 |
| （9）カラギーナン | 0.3 |
| （10）サクシノグリカン | 0.1 |
| （11）精製水 | 残 余 |
| （12）防腐剤 | 適 量 |
| （13）酸化防止剤 | 適 量 |
| （14）香料 | 適 量 |

（製法）

（11）の一部に（8）を加え70℃に加熱した（水相）。油分（（1）～（6））を加熱溶解後、（7）を加え、70℃に維持した。これを、先に調製した水相に徐添し予備乳化を行った。これをホモミキサーにて乳化粒子を均一にした（乳化部）。

【0056】

他方、（11）の残部に（9）、（10）を90℃にて溶解し、冷却、ゲル化後、ホモミキサーにて十分に破碎し、マイクロゲルとした。このマイクロゲルを上記

乳化部に添加し、攪拌、脱気、ろ過、冷却して、マッサージクリーム（O/W）を得た。

【0057】

（実施例19） ヘアセットジェル

| （配 合 成 分） | （重量%） |
|--------------------------|-------|
| （1）カルボキシビニルポリマー | 0.7 |
| （2）ポリビニルピロリドン | 2 |
| （3）グリセリン | 3 |
| （4）水酸化ナトリウム | 適 量 |
| （5）塩酸 | 適 量 |
| （6）エタノール | 5 |
| （7）カードラン | 1 |
| （8）キサンタンガム | 0.2 |
| （9）ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル | 適 量 |
| （10）香料 | 適 量 |
| （11）キレート剤 | 適 量 |
| （12）精製水 | 残 部 |

（製法）

（1）を（3）と一部の（12）で分散した。（2）、一部の（4）、（6）、（9）～（11）を残りの（12）に溶解し、これを上記分散液に混合して混合液を得た。（7）を残りの（4）に溶解し、（8）を加えて溶解し、（5）で中和した。これを上記の混合液に混合し、80℃で10分間加熱した後、ホモジナイザーでゲルを破碎し、ろ過、脱気、冷却し、ヘアセットジェルを得た。

【0058】

（実施例20） O/Wクリーム

〔乳化部B〕

| （配 合 成 分） | （重量%） |
|---------------|-------|
| （1）ステアリン酸 | 8 |
| （2）ステアリルアルコール | 4 |

| | |
|-------------------|-----|
| (3) ステアリン酸ブチル | 6 |
| (4) プロピレングリコール | 5 |
| (5) モノステアリン酸グリセリン | 2 |
| (6) 水酸化カリウム | 0.4 |
| (7) イオン交換水 | 残 余 |

水相部に油性成分を加え、混合、攪拌し、乳化部Bを得た。

【0059】

この乳化部Bを30重量%、カフェインを1重量%、実施例11で得た増粘剤Aを69重量%混合してO/Wクリームを得た。

【0060】

(実施例21) O/Wクリーム

[乳化部C]

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|------------------------------|-------|
| (1) 固形パラフィン | 5 |
| (2) ミツロウ | 10 |
| (3) ワセリン | 15 |
| (4) 流動パラフィン | 41 |
| (5) 1,3ブチレングリコール | 4 |
| (6) モノステアリン酸グリセリン | 2 |
| (7) POE(20) ソルビタンモノラウリン酸エステル | 2 |
| (8) ホウ酸 | 0.2 |
| (9) イオン交換水 | 残 余 |

水相部に油性成分を加え、混合、攪拌し、乳化部Cを得た。

【0061】

この乳化部Cを70重量%、アスパラギン酸を1重量%、実施例11で得た増粘剤Aを29重量%混合してO/Wクリームを得た。

【0062】

(実施例22) パック

[乳化部D]

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|--------------------------|-------|
| (1) ポリ酢酸ビニルエマルション | 15 |
| (2) ポリビニルアルコール | 10 |
| (3) ソルビトール | 5 |
| (4) ポリエチレングリコール (PEG400) | 5 |
| (5) ホホバ油 | 4 |
| (6) POEソルビタンモノステアリン酸エステル | 1 |
| (7) 酸化チタン | 5 |
| (8) タルク | 10 |
| (9) エタノール | 10 |
| (10) イオン交換水 | 37 |

水相部に油性成分を加え、混合、攪拌し、乳化部Dを得た。

【0063】

この乳化部Dを80重量%、グリチルリチン酸ジカリウムを0.5重量%、実施例11で得た増粘剤Aを19.5重量%混合してパックを得た。

【0064】

実施例17～22で得られた皮膚外用剤はいずれも、増粘性に優れ、べたつき感がなく、さっぱりとした使用感であった。また長期安定性にも優れていた。

【0065】

(実施例23、比較例11)

下記組成のO/Wクリームにつき、製法による粘度比較を行った。

【0066】

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|-------------------------------|-------|
| (1) スクワラン | 10 |
| (2) ワセリン | 5 |
| (3) 1, 3ブチレングリコール | 4 |
| (4) モノステアリン酸グリセリン | 2 |
| (5) POE (20) ソルビタンモノラウリン酸エステル | 2 |
| (6) 寒天 | 1.5 |

(7) ケルトロール 0. 2

(8) イオン交換水 残 余

〔製法 1〕

(8) に (3) ～ (7) を添加し、9 0℃に加熱、溶解した後、継続的に攪拌を続け、7 0℃で (1)、(2) を添加し、室温まで攪拌冷却して O/W クリームを調製した。

【0 0 6 7】

〔製法 2〕

(8) 5 0 重量%に (3)、(6)、(7) を添加し、加熱、溶解した後、冷却ゲル化し、これを破砕して得たペースト状水性ジェルと、(8) 残部に (4)、(5) を溶解させ、7 0℃で (1)、(2) を添加した O/W クリームをよく混合して乳化物 (O/W クリーム) を調製した。

【0 0 6 8】

製法 1、製法 2 により得られた O/W クリームの粘度 (2 5℃) を B 型粘度計により測定した。その結果、製法 1 により得られた O/W クリームでは 1 4 0, 0 0 0 m P a · s、製法 2 により得られた O/W クリームでは 3 0 0, 0 0 0 m P a · s であった。すなわち、組成は全く同じであっても、ゲルを破砕したミクロゲルを配合した系の粘度が優れることがわかる。

【0 0 6 9】

(実施例 2 4) モイスチャージェル

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|-----------------|-------|
| (1) イオン交換水 | 残 余 |
| (2) 寒天 | 2 |
| (3) ジブロピレングリコール | 1 0 |
| (4) トリメチルグリシン | 5 |
| (5) ヒアルロン酸 | 0. 1 |
| (6) ポリアクリル酸 N a | 0. 2 |
| (7) ポリアクリルアミド | 0. 5 |
| (8) シリカ粉末 | 1 |

| | |
|-----------|-----|
| (9) EDTA | 適 量 |
| (10) クエン酸 | 適 量 |
| (11) 香料 | 適 量 |
| (12) 防腐剤 | 適 量 |

(製法)

(1) に (2) ~ (7)、(9) ~ (12) を加え、85℃以上で溶解した後、30℃以下まで放置冷却し、固化させた。ここに (8) を加え、これを十分にホモジナイザーで粉碎してミクロゲル化した後、均一に分散を行って、モイスチャージェルを得た。

【0070】

(実施例25) モイスチャークリーム

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|--------------------------|-------|
| (1) イオン交換水 | 残 余 |
| (2) 寒天 | 1.5 |
| (3) ジプロピレングリコール | 10 |
| (4) キシリトール | 5 |
| (5) ヒアルロン酸 | 0.1 |
| (6) ポリアクリルアミド | 0.5 |
| (7) 環状シリコン | 5 |
| (8) スクワラン | 5 |
| (9) アクリル酸-アクリル酸アルキルコポリマー | 0.2 |
| (10) EDTA | 適 量 |
| (11) トリエタノールアミン | 適 量 |
| (12) クエン酸 | 適 量 |
| (13) 香料 | 適 量 |
| (14) 防腐剤 | 適 量 |

(製法)

(1) の一部に (2) ~ (6)、(10)、(12)、(14) を加え、85℃以上で溶解した後、30℃以下まで放置冷却し、固化させた。これを十分にホ

モジナイザーで粉碎してミクロゲル化した。ここに(1)の一部に(7)～(9)、(13)を加え、ホモキサーにて均一分散したものに(11)を加え、さらにホモキサーにて乳化粒子を整えた乳化物を加え均一分散を行ってモイスチャークリームを得た。

【0071】

(実施例26) パック

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|--------------------------|-------|
| (1) イオン交換水 | 残 余 |
| (2) 寒天 | 1.5 |
| (3) グリセリン | 15 |
| (4) ポリエチレングリコール (PEG300) | 5 |
| (5) モンモリナイト | 3 |
| (6) 球状樹脂粉末 (ポリアクリル酸アルキル) | 3 |
| (7) 亜鉛華 | 1 |
| (8) グリチルリチン酸塩 | 適 量 |
| (9) キサンタンガム | 0.2 |
| (10) EDTA | 適 量 |
| (11) 乳酸 | 適 量 |
| (12) 香料 | 適 量 |
| (13) 防腐剤 | 適 量 |

(製法)

(1)に(2)～(4)、(8)～(13)を加え、85℃以上で溶解した後、30℃以下まで放置冷却し、固化させた。これを十分にホモジナイザーで粉碎してミクロゲル化した。ここに(5)～(7)を加え、均一混合、分散を行ってパックを得た。

【0072】

(実施例27) アイジェル

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|------------|-------|
| (1) イオン交換水 | 残 余 |

| | |
|--------------------------|------|
| (2) 寒天 | 2 |
| (3) グリセリン | 1 0 |
| (4) ポリビニルアルコール | 1 |
| (5) ポリアクリルアミド | 0. 2 |
| (6) トリメチルシロキシケイ酸 | 1 |
| (7) ジメチルポリシロキサン | 5 |
| (8) 食塩 | 0. 5 |
| (9) アクリル酸-アクリル酸アルキルコポリマー | 0. 1 |
| (10) EDTA | 適 量 |
| (11) クエン酸 | 適 量 |
| (12) 香料 | 適 量 |
| (13) 防腐剤 | 適 量 |

(製法)

(1) の一部に (2) ~ (5)、(7)、(8)、(10)、(11)、(13) を加え、85℃以上で溶解した後、30℃以下まで放置冷却し、固化させた。これを十分にホモジナイザーで粉碎してミクロゲル化した。ここに(1)の残りに(6)、(7)、(9)、(12)を加え、ホモミキサーにて均一に分散を行ったものを加え、さらに分散を行ってアイジェルを得た。

【0073】

(実施例28) ゼリー状パック

| (配 合 成 分) | (重量%) |
|------------------|-------|
| (1) イオン交換水 | 残 余 |
| (2) 寒天 | 1. 5 |
| (3) プチレングリコール | 1 0 |
| (4) エタノール | 1 2 |
| (5) ポリアクリルアミド | 0. 2 |
| (6) カルボキシビニルポリマー | 0. 5 |
| (7) 食塩 | 0. 5 |
| (8) 水酸化カリウム | 適 量 |

| | |
|-----------|-----|
| (9) EDTA | 適 量 |
| (10) クエン酸 | 適 量 |
| (11) 香料 | 適 量 |
| (12) 防腐剤 | 適 量 |

(製法)

(1) に (2) ~ (12) を加え、85℃以上で溶解した後、30℃以下まで放置冷却し、固化させたものを十分にホモジナイザーで粉砕してミクロゲル化し、ゼリー状パックを得た。

【0074】

実施例24~28で得られた皮膚外用剤はいずれも、増粘性に優れ、べたつき感がなく、さっぱりとした使用感であった。また長期安定性にも優れていた。

【0075】

【発明の効果】

本発明により得られる増粘剤は、従来より増粘剤として用いられている高分子溶液に特徴的な曳糸性は全くみられず、非常にさっぱりとした使用感を実現することができた。また、高分子溶液は配合する薬剤成分、塩等による影響を受けて粘度低下を起こし、配合が制限される場合があったが、本発明増粘剤ではかかる不具合がなく、化粧料の処方幅を広げることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 べたつき感、きしみ感がなく、優れた使用性を有し、しかも、水溶性薬剤成分や塩類を高配合した場合であっても粘度低下をきたすことがなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新しいタイプの増粘剤を提供する。

【解決手段】 ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、放置冷却してゲルを形成し、次いで、該ゲルを粉砕して平均粒径0.1～1000 μ mのミクロゲルとすることにより増粘剤を得る増粘剤の製造方法、該方法より得られる増粘剤、および該増粘剤を含有する化粧料。、増粘剤の製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001959]

| | |
|----------|-----------------|
| 1. 変更年月日 | 1990年 8月27日 |
| [変更理由] | 新規登録 |
| 住 所 | 東京都中央区銀座7丁目5番5号 |
| 氏 名 | 株式会社資生堂 |